

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : C13F 1/02, 3/00, C07H 3/04, 1/06, C13K 1/10, 5/00	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 97/21838 (43) Date de publication internationale: 19 juin 1997 (19.06.97)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR96/01931 (22) Date de dépôt international: 4 décembre 1996 (04.12.96) (30) Données relatives à la priorité: 95/14643 11 décembre 1995 (11.12.95) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ERIDANIA BEGHIN-SAY [FR/FR]; 12, rue Joseph-Béghin, Boîte postale 1, F-59239 Thumeries (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): MAITRE, Jean-Paul [FR/FR]; La-Croix-de-Pierre, F-69970 Marennes (FR). MENTECH, Julio [FR/FR]; 10, Commandant-Faurax, F-69006 Lyon (FR). REYNAUD, Sylvie [FR/FR]; 21, rue Antonin-Perrin, F-69100 Villeurbanne (FR). WONG, Emile [FR/FR]; Les Anciennes-Ecuries, Rue Saint-Didier, F-01700 Neyron (FR). (74) Mandataires: GROSSET-FOURNIER, Chantal etc.; Grosset-Fournier & Demachy S.A.R.L., 103, rue La Fayette, F-75481 Paris Cédex 10 (FR).		(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, brevet ARIPO (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> <i>Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.</i>
(54) Title: MICROCRYSTALLINE SUGARS OR SUGAR-ALCOHOLS; METHOD FOR PREPARING THE SAME (54) Titre: SUCRES OU ALCOOLS DE SUCRES MICROCRISTALLINS; PROCEDE POUR LES PREPARER (57) Abstract <p>A composition containing sugar microcrystals is disclosed. Essentially, the crystals are uniform unbroken single crystals with a regular geometrical shape and a grain size following a Gaussian distribution of which the median is of around 20-220 μm, while the coefficient of variation is of around 20-50 %, particularly 30-45 %, 35-45 % or 30-40 %. The term "sugar" designates mono-, di- and oligosaccharides, as well as the polyols obtained by their reduction.</p> (57) Abrégé <p>L'invention a pour objet une composition contenant des microcristaux de sucre caractérisée en ce que les cristaux sont essentiellement des monocristaux de forme géométrique régulière, ne présentant par de brisure, homogènes les uns par rapport aux autres, et en ce que la granulométrie suit une distribution gaussienne dont la médiane est d'environ 20 μm à environ 220 μm, le coefficient de variation étant d'environ 20 % à environ 50 %, notamment d'environ 30 % à 45 %, ou d'environ 35 % à 45 %, ou d'environ 30 % à 40 %. Par "sucre", on désigne les mono-, di- et oligosaccharides, ainsi que les polyols obtenus par réduction de ceux-ci.</p>		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Arménie	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
AT	Autriche	GE	Géorgie	MX	Mexique
AU	Australie	GN	Guinée	NE	Niger
BB	Barbade	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	HU	Hongrie	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	IT	Italie	PL	Pologne
BJ	Bénin	JP	Japon	PT	Portugal
BR	Brésil	KE	Kenya	RO	Roumanie
BY	Bélarus	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CA	Canada	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	KZ	Kazakhstan	SG	Singapour
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LR	Libéria	SN	Sénégal
CN	Chine	LT	Lituanie	SZ	Swaziland
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DK	Danemark	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
EE	Estonie	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	UG	Ouganda
FI	Finlande	MN	Mongolie	US	Etats-Unis d'Amérique
FR	France	MR	Mauritanie	UZ	Ouzbékistan
GA	Gabon			VN	Viet Nam

SUCRES OU ALCOOLS DE SUCRES MICROCRISTALLINS; PROCEDE POUR LES PREPARER

L'invention traite de compositions de sucre sous une forme cristalline, fluide et non mottante. La présente invention concerne le domaine de la cristallisation du sucre, et plus précisément, elle décrit une méthode d'obtention de compositions de sucre cristallisé de granulométrie fine. L'invention décrit une composition de sucre cristallin de forme régulière, de granulométrie fine et bien définie.

Pendant la cristallisation, la répartition granulométrique des cristaux dépend principalement des processus suivants :

- la nucléation,
- la croissance des cristaux,
- l'attrition,
- l'agglomération,
- la maturation des cristaux.

Pour obtenir une grande quantité de cristaux réguliers et de granulométrie fine, il est nécessaire d'appliquer un procédé favorisant la nucléation plus que la croissance cristalline. Pour cela il est nécessaire d'utiliser les moyens appropriés permettant un bon contrôle des paramètres de cristallisation.

Les procédés de cristallisation existants ne permettent pas l'obtention directe d'une grande quantité de cristaux de sucre de forme régulière avec une granulométrie très fine. Dans la fabrication de divers types de sucre, un procédé a été développé, plus connu comme étant un procédé de transformation. Ce procédé est utilisé pour la production de sucre en poudre granulé, fluide, non mottant et facilement dispersable en solution aqueuse. Ce procédé a été abondamment décrit dans plusieurs brevets.

US 3,194,682 (Tippens et al.) décrit un procédé utilisant un sirop concentré à 95-97 brix (% en poids de matières sèches) à 121-129°C qui est soumis à un refroidissement rapide sous agitation énergique. Cette méthode permet la fabrication d'agglomérats dont les cristaux de sucre sont de taille fondant (3-50 microns).

US 3,365,331 (Miller et al.) décrit un procédé similaire qui conduit à la fabrication d'agglomérats. Dans ce cas, les cristaux sont obtenus par battage d'un sirop sursaturé.

Dans le brevet EP 0 052 413, le procédé de battage à une température bien contrôlée permet une incorporation de composés thermosensibles dans le produit final.

Tous les procédés décrits conduisent à une poudre de sucre fin granulé. Les granules sont de forme irrégulière donnant des poudres de basse densité. La sélection de la granulométrie se faisant par tamisage, le rendement en une classe de poudre est de ce fait faible. Il existe donc un besoin de développement d'un
5 procédé permettant la fabrication avec de bons rendements de cristaux réguliers et de granulométrie fine, ce que permet la présente invention.

Plus précisément, l'invention a notamment pour objet une composition contenant des microcristaux de sucre caractérisée en ce que les cristaux de sucre obtenus sont de forme régulière, ne s'agglomèrent pas, et leur répartition
10 granulométrique est de type gaussien autour d'une ouverture moyenne comprise entre 20 et 220 μm , notamment 20 et 200 μm , avec un coefficient de variation (CV) compris entre 20% et 50% ou leur répartition granulométrique est caractérisée par un indice d'uniformité compris entre 1 et 5, notamment entre 2.5 et 3.5.

15 La granulométrie est déterminée par tamisage sur une série de tamis normalisés (NF11-501) de 200 mm de diamètre.

Le coefficient de variation (CV) est calculé par la formule :

$$\text{CV} = 100 \times \sigma / \text{O.M.},$$

dans laquelle σ est l'écart type et O.M. est l'ouverture moyenne.

20 S'agissant de l'indice d'uniformité, il est obtenu par tamisage de la composition cristalline et calculé suivant la formule :

Taille de particule correspondant à 60% du passage de la poudre

25 Taille de particule correspondant à 10% du passage de la poudre

L'invention a aussi pour objet une méthode d'obtention d'une composition de sucre microcristallin caractérisée en ce que les cristaux ont une granulométrie moyenne comprise entre 20 et 220 μm , notamment 20 et 200 μm obtenus après
30 les étapes suivantes :

a) fabrication d'un sirop concentré,

b) diminution de la pression,

c) évaporation sous pression réduite avec agitation vigoureuse dans la zone de cristallisation jusqu'à l'apparition des cristaux,

35 d) arrêt de l'évaporation et maintien de l'agitation pendant un certain temps,

e) reprise de l'évaporation et de l'agitation jusqu'à l'obtention d'un produit sec,

la température du sirop étant maintenue de 40°C à 100°C, et notamment de 70°C à 100°C pendant la durée des étapes a) à e) décrites ci-dessus.

Ce procédé sera dans la suite désigné par "procédé I".

Selon un mode de réalisation avantageux, l'invention concerne une composition contenant des microcristaux de sucre caractérisée en ce que les cristaux sont essentiellement des monocristaux de forme géométrique régulière, ne présentant pas de brisure, homogènes les uns par rapport aux autres, et en ce que

- la granulométrie suit une distribution gaussienne dont la médiane est d'environ 20 à environ 220 μm , et notamment d'environ 20 μm à environ 200 μm , le coefficient de variation étant d'environ 20% à environ 50%, notamment d'environ 30% à 45%, ou d'environ 35% à 45%, ou d'environ 30% à 40% ou

- la répartition granulométrique est caractérisée par un indice d'uniformité compris entre 1 et 5, notamment entre 2.5 et 3.5.

Par "sucre", on désigne les mono-, di- et oligosaccharides, ainsi que les polyols obtenus par réduction de ceux-ci.

L'expression "monocristaux ne présentant pas de brisure" signifie que ces cristaux ne présentent pas d'angles aigus liés à une opération de broyage.

L'expression "homogènes les uns par rapport aux autres" signifie que ces cristaux sont de géométrie cristalline comparable.

Avantageusement, les monocristaux des compositions de l'invention ont une ouverture moyenne d'environ 80 μm à environ 120 μm .

La composition de l'invention est caractérisée en ce qu'elle présente les propriétés suivantes :

- sa vitesse de dissolution est d'environ 5 à environ 10, notamment d'environ 7 à environ 9 secondes, dans les conditions suivantes : 10 g de composition pour 100 ml d'eau pure déminéralisée, à la température de 18°C,

- elle est non mottante,

- son indice de coulabilité est supérieur à environ 80, et varie d'environ 80 à environ 85, notamment d'environ 81 à environ 82, mesuré selon le test d'Hosakawa, tel que décrit dans IRON WORKS, LTD, Osaka, Japon, et lorsqu'il s'agit du glucose, l'indice de coulabilité est d'environ 55 à environ 70,

- la densité du produit tassé est d'environ 0,90 à environ 1,00, notamment d'environ 0,97 à environ 1,00, et la densité du produit non tassé est d'environ 0,75 à environ 0,90, notamment d'environ 0,83 à environ 0,87, mesurées selon le test d'Hosakawa, et lorsque le susdit produit est du glucose, la densité du

produit tassé est d'environ 0,70 à environ 0,90 et la densité du produit non tassé est d'environ 0,50 à environ 0,70.

L'expression "non mottante" signifie que les cristaux ne s'agglomèrent pas entre eux dans les conditions normales de température (10 à 30°C) et humidité (40 à 80 %) ambiantes.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition est caractérisée en ce qu'elle contient des ingrédients additionnels, à raison d'environ 0% à environ 10%, et avantageusement à raison d'environ 5%, ces ingrédients étant de façon avantageuse choisis parmi les composés thermosensibles, des composés ayant des propriétés alimentaires ou pharmacologiques, ou des composés ayant un goût ou une couleur recherchés.

La composition de l'invention est susceptible d'être obtenue par le procédé comprenant les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de saccharose concentré, d'environ 60 à environ 97, notamment 75% en poids de matières sèches,

b) on réduit la pression qui passe de la pression atmosphérique à une valeur d'environ 100 à environ 300 mbars, notamment d'environ 200 mbars, pour commencer à évaporer une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre, le taux d'évaporation étant d'environ 20%,

c) on évapore une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre sous pression réduite (environ 200 mbars) et on brasse le sirop, notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn, jusqu'à atteindre un coefficient de sursaturation de sucre compris entre 1 et 1,3, notamment 1,1 et 1,3, et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation.

d) on effectue la suite de la cristallisation par arrêt de l'évaporation et de l'agitation vigoureuse (battage), et maintien d'une agitation régulière (brassage) pendant le temps nécessaire à l'obtention des cristaux de taille souhaitée, et avantageusement pendant environ 5 mn à environ 20 mn,

e) on reprend l'évaporation (toujours avec brassage du milieu à une vitesse d'environ 100 à environ 250 m/mn) jusqu'à l'obtention de cristaux contenant moins de 1%, notamment moins de 0,5% d'humidité,

la température étant maintenue à une valeur d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée du procédé, et la pression étant avantageusement maintenue à environ 200 mbars pendant les étapes c) à e).

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, le procédé I est caractérisé par les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de saccharose concentré, d'environ 60 à environ 97, notamment 75% en poids de matières sèches,

b) on réduit la pression qui passe de la pression atmosphérique à une valeur d'environ 100 à environ 300 mbars, notamment d'environ 200 mbars, pour commencer à évaporer une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre, le taux d'évaporation étant d'environ 20%,

c) on évapore une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre sous pression réduite (environ 200 mbars) et on brasse le sirop, notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn, jusqu'à atteindre un coefficient de sursaturation de sucre compris entre 1 et 1,3, notamment 1,1 et 1,3, et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné, notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation,

d) on effectue la suite de la cristallisation par arrêt de l'évaporation et de l'agitation vigoureuse (battage), et maintien d'une agitation régulière (brassage) pendant le temps nécessaire à l'obtention des cristaux de taille souhaitée, et avantageusement pendant environ 5 mn à environ 20 mn,

e) on reprend l'évaporation (toujours avec brassage du milieu à une vitesse d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn jusqu'à l'obtention de cristaux contenant moins de 1%, notamment moins de 0,5% d'humidité,

la température étant maintenue à une valeur d'environ 40°C à environ 100°C, notamment d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée du procédé, et la pression étant avantageusement maintenue à environ 200 mbars pendant les étapes c) à e).

Le procédé de l'invention commence avec la préparation du sirop concentré de sucre. La concentration adaptée est comprise, à titre indicatif, entre 60 et 80% en poids de matières sèches. Afin d'éviter la recristallisation et la dégradation du sucre ou tout autre produit ajouté à la solution, la température est maintenue de 40°C à 100°C, notamment de 70°C à 100°C. La pression est réduite à 100-300 mbars pour démarrer l'évaporation. En même temps, le sirop est maintenu sous agitation. Cette agitation mécanique ou brassage du sirop est nécessaire à l'homogénéisation du milieu, et est réalisée à l'aide d'un mobile d'agitation avantageusement placé en fond de cuve utilisée dans le procédé de l'invention. A titre d'illustration, ce brassage peut être réalisé avec un

mélangeur-évaporateur, un cristalliseur, un mélangeur-homogénéiseur, un mélangeur-malaxeur ou tout autre équipement adapté. Il est important que ce brassage soit énergique et que l'énergie apportée au sirop soit contrôlée. En outre, pour le bon fonctionnement du procédé, l'installation doit pouvoir fonctionner sous pression réduite et température régulée.

L'agitation vigoureuse, avantageusement effectuée par battage par impact, de la solution stimule la formation de germes et un voile est observable après un certain temps. Ces conditions sont maintenues pendant quelques minutes et ensuite, l'évaporation est arrêtée. A titre d'illustration, les essais qui sont décrits dans les exemples de l'invention sont réalisés sur un évaporateur-mélangeur Guédu de 45 litres, équipé pour le battage par impact d'un mixeur ou de couteaux dont la vitesse de rotation est d'environ 1000 à environ 2000 tours/mn.

Le brassage est maintenu afin de mieux contrôler la croissance des cristaux. Pendant la phase finale, l'évaporation est poursuivie avec brassage jusqu'à l'obtention de cristaux secs.

La variation de la vitesse d'agitation pour le brassage du milieu, du taux d'évaporation et de la durée des différentes étapes, permet de préparer des cristaux d'une granulométrie moyenne bien définie pouvant être obtenus de façon reproductible.

La composition de l'invention est également susceptible d'être obtenue par un procédé comprenant les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop concentré,

b) on évapore le sirop sous pression avec agitation vigoureuse dans la zone de cristallisation jusqu'à l'apparition des cristaux, avec contrôle de la température et du débit d'évaporation jusqu'à une teneur en matières sèches d'environ 80% à environ 90%,

c) on poursuit l'évaporation avec réduction de la vitesse d'agitation jusqu'à l'obtention d'un produit sec, la température étant maintenue constante par rapport à l'étape précédente,

la température étant ajustée et maintenue à une valeur déterminée dans l'intervalle d'environ 40°C à environ 100°C, et notamment d'environ 70°C à environ 100°C, pendant la durée des étapes a) à c) décrites ci-dessus.

La composition de l'invention est également susceptible d'être obtenue de la façon suivante :

a) on prépare un sirop de sucre concentré d'environ 60% à environ 97%, notamment 75% en poids de matières sèches,

b) on provoque l'évaporation du sirop par réduction de la pression de manière à atteindre l'ébullition de ce sirop à la température choisie.

b) on provoque l'évaporation du sirop par réduction de la pression de manière à atteindre l'ébullition de ce sirop à la température choisie.

c) on brasse le sirop notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn, le coefficient de sursaturation du sirop étant compris entre 1 et 1.3, notamment 1.1 et 1.3, et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation,

d) on poursuit l'évaporation dans les mêmes conditions de température et de pression que celles utilisées dans les étapes précédentes, jusqu'à obtention d'un milieu dont les cristaux constituent la phase majoritaire (supérieur à environ 50% et notamment supérieur à environ 70% par rapport au milieu),

la vitesse d'agitation étant réduite d'environ 50 à environ 200 m/mn, la température étant maintenue constante par rapport aux étapes précédentes, le battage étant maintenu jusqu'à obtention d'un produit sec composé de cristaux de taille souhaitée contenant moins de 1%, notamment moins de 0.5% d'humidité,

la température étant ajustée et maintenue à une valeur constante dans la gamme allant d'environ 40°C à environ 100°C, notamment d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée des étapes.

Le procédé II commence avec la préparation du sirop concentré de sucre. La concentration adaptée est comprise, à titre indicatif, entre 60 et 80% en poids de matière sèche. Afin d'éviter la recristallisation et la dégradation du sucre ou tout autre produit ajouté à la solution, la température est maintenue de 40°C à 100°C, notamment de 70°C à 100°C. Le sirop est maintenu sous agitation et la pression est abaissée de manière à atteindre l'ébullition du sirop à la température choisie. Cette agitation mécanique ou brassage du sirop est nécessaire à l'homogénéisation du milieu et est réalisée à l'aide d'un mobile d'agitation avantageusement placé en fond de cuve utilisée dans le procédé de l'invention. A titre d'illustration, ce brassage peut être réalisé avec un mélangeur-évaporateur, un cristalliseur, un mélangeur-homogénéiseur, un mélangeur-malaxeur ou tout autre équipement adapté. Il est important que ce brassage soit énergique et que l'énergie apportée au sirop soit contrôlée. En outre, pour le bon fonctionnement du procédé, l'installation doit pouvoir fonctionner sous pression réduite et température régulée.

L'agitation vigoureuse avantageusement effectuée par battage et impact de la solution stimule la formation de germes et un voile est observable après un certain temps.

La concentration du sirop est conduite avec un débit d'évaporation compris entre 20 et 30% par heure de la quantité d'eau initiale. L'évaporation est effectuée sous pression réduite, pression définie par la température du sirop pour obtenir l'ébullition du milieu à cette température.

5 Le système est maintenu dans cet état d'équilibre débit d'évaporation/pression/température jusqu'à un taux d'évaporation de 65% environ.

Le milieu devient alors très pâteux et, dans cette deuxième étape, la vitesse d'agitation du mobile est abaissée à 190 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec une pression décroissant progressivement pour
10 maintenir une température constante jusqu'à obtention d'une poudre sèche.

Par rapport au procédé I, le procédé II présente les différences suivantes :

. suppression de l'étape d) : "arrêt de l'évaporation et maintien de l'agitation pendant un certain temps",

15 . le procédé II est avantageusement appliqué aux essais industriels.

Les exemples présentés illustrent l'application du procédé d'invention permettant la fabrication de compositions de cristaux de sucre ayant une taille moyenne comprise entre 80 et 150 μm (Exemples 1 et 2). Par ailleurs, un exemple décrit l'utilisation du procédé pour l'obtention de cristaux de sucre
20 contenant un deuxième composé, en l'occurrence du caramel (Exemple 3).

Les exemples 4 à 6 décrivent respectivement la préparation de glucose, de lactose et d'érythritol selon l'invention.

L'exemple 7 correspond à un essai industriel.

La présente invention décrit une composition de sucre microcristallin dont l'ouverture moyenne est centrée autour de 20 à 220 μm , notamment 20 à 200 μm . La distribution de la taille des cristaux autour de la valeur moyenne est de type gaussien, avec un CV compris entre 20% et 50% ou son indice d'uniformité est compris entre 1 et 5. Les cristaux, de forme régulière, ne sont pas des agglomérats. Les cristaux ont une densité élevée. Le produit est fluide et
25 se dissout rapidement dans l'eau. Les cristaux obtenus par cette méthode ne demandent pas de tamisage particulier autre que l'élimination des agglomérats et particules supérieurs à 300 μm représentant moins de 10% de la composition. La poudre est obtenue avec un bon rendement et une distribution de type gaussien ou présentant un indice d'uniformité compris entre 1 et 5. Comme le
30 procédé pour la fabrication dudit produit est très bien contrôlé, il est possible d'obtenir des cristaux de granulométrie moyenne désirée en modifiant seulement certains paramètres. Par conséquent, la présente invention décrivant des
35

c) on brasse le sirop notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn, le coefficient de sursaturation du sirop étant compris entre 1 et 1.3, notamment 1,1 et 1.3, et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation,

d) on poursuit l'évaporation dans les mêmes conditions de température et de pression que celles utilisées dans les étapes précédentes, jusqu'à obtention d'un milieu dont les cristaux constituent la phase majoritaire (supérieur à environ 50%, et notamment supérieur à environ 70% par rapport au milieu), la vitesse d'agitation étant réduite d'environ 50 à environ 200 m/mn, la température étant maintenue constante par rapport aux étapes précédentes, le battage étant maintenu jusqu'à obtention d'un produit sec composé de cristaux de taille souhaitée contenant moins de 1%, notamment moins de 0,5% d'humidité,

la température étant ajustée et maintenue à une valeur constante dans la gamme allant d'environ 40°C à environ 100°C, notamment d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée des étapes.

L'invention concerne également un procédé de préparation des compositions décrites ci-dessus, lequel procédé est caractérisé par les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop concentré,

b) on évapore le sirop sous pression avec agitation vigoureuse dans la zone de cristallisation jusqu'à l'apparition des cristaux, avec contrôle de la température et du débit d'évaporation jusqu'à une teneur en matières sèches d'environ 80% à environ 90%,

c) on poursuit l'évaporation avec réduction de la vitesse d'agitation jusqu'à l'obtention d'un produit sec, la température étant maintenue constante par rapport à l'étape précédente,

la température étant ajustée et maintenue à une valeur déterminée dans l'intervalle d'environ 40°C à environ 100°C, et notamment d'environ 70°C à environ 100°C, pendant la durée des étapes a) à c) décrites ci-dessus.

Ce procédé sera dans la suite désigné par "procédé II".

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, le procédé II est caractérisé par les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de sucre concentré d'environ 60% à environ 97%, notamment 75% en poids de matières sèches,

compositions de sucre microcristallin de diamètre spécifique entre 20 et 220 μm et plus précisément entre 80 et 150 μm est bien démontrée.

Le procédé de la présente invention permet l'addition d'ingrédients désirés au sucre, l'ajout pouvant être fait dans le cadre du procédé I, préférentiellement après formation du voile et avant l'arrêt de l'évaporation, par exemple entre l'étape c) et l'étape d).

Dans le cadre du procédé II, l'ajout peut être fait au moment où la sursaturation atteint une valeur comprise entre 1,0 et 1,3.

On observe, dans ce cas, une co-cristallisation du sucre avec un autre ingrédient. La présente invention décrit également le sucre microcristallin de granulométrie moyenne souhaitée dopé avec un ou des ingrédients choisis. Une large gamme d'ingrédients tels que les gommes, émulsifiants, produits chimiques peuvent être ajoutés. Les cristaux de sucre servent dans ce cas de support pour des ingrédients valorisés, par exemple comme produits alimentaires ou pharmaceutiques, soit pour la couleur, soit pour le goût, ou pour toute autre propriété recherchée.

La présente invention décrit par conséquent des compositions de microcristaux de sucre et d'autres ingrédients.

Le procédé décrit dans la présente invention permet l'utilisation de conditions contrôlées de température. Ainsi, il est possible d'ajouter un second ingrédient thermosensible. Les composés thermosensibles peuvent être des vitamines, aminoacides, caroténoïdes, antibiotiques.

Les cristaux obtenus par la présente invention ont des formes régulières et ne sont pas agglomérés, comme le montre la figure 1. D'une manière générale, et dans les exemples qui suivent, l'ouverture moyenne des cristaux est centrée autour d'une valeur bien déterminée et ceci n'est pas le cas dans les procédés décrits par l'art antérieur. Les exemples suivants illustrent l'invention et ne sont en aucun cas interprétés comme limitant le procédé.

Description des figures :

La figure 1A représente une photographie d'une composition de sucre microcristallin de 80 μm observée au microscope électronique au grossissement X50.

La figure 1B représente une photographie d'une composition de sucre microcristallin de 80 μm observée au microscope électronique au grossissement X150.

La figure 1C représente une photographie d'une composition de sucre glace commercial observée au microscope électronique au grossissement X50.

La figure 1D représente une photographie d'une composition de sucre
5 glace commercial observée au microscope électronique au grossissement X150.

La figure 2 représente la vitesse de dissolution de sucres dans l'eau pure à 18°C. Le temps correspondant à la dissolution totale (exprimé en secondes) est porté sur l'axe des abscisses. Les différents sucres testés sont portés sur l'axe
10 des ordonnées, étant rappelé que le sucre glace a une granulométrie de 80 à 100 μm , que la surfine a une granulométrie de 200 à 250 μm et que les sucres de granulométrie respective de 150 μm et de 80 μm correspondent aux compositions de l'invention.

La figure 3 représente l'indice de coulabilité.

Les produits pulvérulents peuvent former des agglomérats dans les réservoirs de stockage et trémies d'alimentation. Le vidage de ces réservoirs et autres trémies est rendu difficile par ce phénomène, entraînant la formation de
20 voûtes (blocs de poudre restant accrochés aux parois des trémies et au-dessus d'une cavité, et formant des zones mortes), perturbant l'écoulement de la poudre par simple gravité. Il est alors nécessaire d'utiliser tout dispositif mécanique permettant de maintenir cette poudre en mélange homogène, en la stockant sous agitation ou en la soutirant de la trémie à l'aide d'écluses rotatives ou de vibreurs.

La difficulté à manipuler un produit pulvérulent est traduite par son indice
25 de coulabilité qui peut varier de 0 (produit à forte capacité d'agglomération, mottant, collant) à 100 (produit extrêmement fluide de comportement proche de celui d'un liquide).

Les faibles indices nécessitent un équipement spécial adapté à chaque cas.
30 les forts indices ne posant pas de problème particulier en stockage et manutention.

La figure 4 représente un schéma de principe de l'appareillage utilisé dans le cadre des exemples 1 à 7.

L'appareillage utilisé peut être constitué par un évaporateur mélangeur
35 constitué d'une enceinte (1) susceptible de fonctionner sous pression réduite et température régulée. A cette fin, cette enceinte comporte un fluide caloporteur

(2), dont la prise d'entrée est par exemple en 2a et la prise de sortie en 2b, et est reliée à une prise de vide (3).

Le mélange (ou brassage) du sirop de sucre au cours du procédé est assuré par un mobile d'agitation (4).

Le battage par impact est effectué par exemple par un couteau émotteur télescopique (5).

Exemple 1 :

Préparation de sucre microcristallin d'ouverture moyenne 80 μm et de CV = 40%.

Vingt kg de sucre sont mis en solution dans 6 kg d'eau à 80°C, température qui sera maintenue constante tout au long de la préparation.

La vitesse de brassage est fixée à 245 m/min (vitesse périphérique). L'évaporation du sirop est conduite jusqu'à une sursaturation d'une valeur comprise entre 1,1 et 1,3 et avantageusement 1,2 et l'action de l'émoteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès que la valeur de la sursaturation déterminée est atteinte. Le débit d'évaporation est maintenu à une valeur de 1,5 l/h sous 250 mbars.

Après 15 mn dans ces conditions, un voile blanc significatif de la nucléation apparaît dans le milieu. Cet état est maintenu pendant 40 mn, l'action de l'émoteur permettant de multiplier le nombre de germes en limitant leur croissance.

L'évaporation et le battage sont stoppés pendant 10 minutes, pour laisser la place à une phase de croissance cristalline régulière.

Dans la dernière étape, la vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 190 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec un débit croissant jusqu'à l'obtention d'une poudre sèche.

Durée globale de l'opération : 3 heures.

La composition de l'invention ainsi obtenue a les propriétés suivantes :

vitesse de dissolution : 7 sec.

indice de coulabilité : 81

densité de la composition tassée : 0,97

densité de la composition non tassée : 0,83.

Exemple 2 :

Préparation de sucre microcristallin d'ouverture moyenne 150 μm et de CV = 30%.

Vingt kg de sucre sont dissous dans 6 kg d'eau à 80°C, température qui sera maintenue constante tout au long de l'opération.

La vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 135 m/mn (vitesse périphérique). L'évaporation du sirop est conduite jusqu'à une sursaturation d'une valeur comprise entre 1,1 et 1,3 et avantageusement 1,2 et l'action de l'émetteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès que la valeur de la sursaturation déterminée est atteinte.

Le débit d'évaporation est maintenu à une valeur de 1,5 l/h sous 250 mbars.

Après 10 mn dans ces conditions, un voile blanc significatif de la nucléation apparaît dans le milieu. Cet état est maintenu pendant 5 mn, puis l'évaporation et l'émetteur sont stoppés pendant 15 minutes, favorisant la phase de croissance cristalline.

Dans la deuxième étape, la vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 135 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec un débit croissant jusqu'à l'obtention d'une poudre sèche.

Durée globale de l'opération : 5 heures.

La composition de l'invention ainsi obtenue a les propriétés suivantes :

vitesse de dissolution : 9 sec.

indice de coulabilité : 82

densité de la composition tassée : 1,00

densité de la composition non tassée : 0,87.

Exemple 3 :

Préparation de sucre microcristallin d'ouverture moyenne 150 μm et de CV = 30% contenant du caramel.

Vingt kg de sucre sont dissous dans 6 kg d'eau à 80°C, température qui sera maintenue constante tout au long de l'opération.

La vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 135 m/mn (vitesse périphérique). L'évaporation du sirop est conduite jusqu'à une sursaturation d'une valeur comprise entre 1,1 et 1,3 et avantageusement 1,2 et l'action de l'émetteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès que la valeur de la sursaturation déterminée est atteinte.

Le débit d'évaporation est maintenu à une valeur de 1,5 l/h sous 250 mbars.

A cet instant, 400 g de caramel aromatique représentant 2% de la masse totale de sucre sont dilués dans le milieu.

Après 5 minutes d'homogénéisation, l'évaporation et l'émoteur sont stoppés pendant 15 minutes, favorisant la phase de croissance cristalline.

5 Dans la dernière étape, la vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 135 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec un débit croissant jusqu'à l'obtention d'une poudre sèche.

Durée globale de l'opération : 5 heures.

10 La composition de l'invention ainsi obtenue a les mêmes caractéristiques que la composition obtenue à l'exemple 2.

Exemple 4 :

Préparation de glucose microcristallin d'ouverture moyenne 75 μ m.

15 Dix huit kg de glucose sont dissous dans 5,4 kg d'eau à 70°C, température qui sera maintenue constante tout au long de l'opération.

La vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 245 m/mn (vitesse périphérique).

20 L'évaporation du sirop est conduite jusqu'à une sursaturation d'une valeur comprise entre 1,1 et 1,4 et avantageusement de 1,3 et l'action de l'émoteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès que la valeur de la sursaturation déterminée est atteinte. Le débit d'évaporation est maintenu à une valeur moyenne de 1,5 l/h sous environ 180 mbars.

25 Après 100 mn dans ces conditions, un voile blanc significatif de la nucléation apparaît dans le milieu. Cet état est maintenu pendant 40 mn, l'action de l'émoteur permettant de multiplier le nombre de germes en limitant la croissance.

L'évaporation et le battage sont stoppés pendant 10 minutes, favorisant la phase de croissance cristalline.

30 Dans la deuxième étape, la vitesse d'agitation du mobile est fixée à 140 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec un débit croissant jusqu'à obtention d'une poudre sèche.

Durée globale de l'opération : 4 heures.

La composition de l'invention ainsi obtenue a les propriétés suivantes :

- indice de coulabilité : 60
- 35 - densité de la composition tassée : 0,75
- densité de la composition non tassée : 0,52.

Exemple 5 :

Préparation de lactose microcristallin d'ouverture moyenne 50 μm .

Quinze kg de lactose sont dissous dans 20 kg d'eau à 72°C, température qui sera maintenue constante tout au long de l'opération.

5 La vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 245 m/mn (vitesse périphérique).

L'évaporation du sirop est conduite jusqu'à une sursaturation d'une valeur comprise entre 1,1 et 1,3 et avantageusement de 1,1 et l'action de l'émoteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès que la valeur de la sursaturation
10 déterminée est atteinte. Le débit d'évaporation est maintenu à une valeur moyenne de 2,5 l/h sous environ 180 mbars.

Après 220 mn dans ces conditions, un voile blanc significatif de la nucléation apparaît dans le milieu. Ce état est maintenu pendant 40 mn, l'action de l'émoteur permettant de multiplier le nombre de germes en limitant la
15 croissance.

L'évaporation et le battage sont stoppés pendant 10 minutes, favorisant la phase de croissance cristalline.

Dans la deuxième étape, la vitesse d'agitation du mobile est fixée à 140 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec un débit
20 croissant jusqu'à obtention d'une poudre sèche.

Durée globale de l'opération : 7 heures.

La composition de l'invention ainsi obtenue a les propriétés suivantes :

- vitesse de dissolution : non soluble dans les conditions de l'essai
- indice de coulabilité : 80
- 25 - densité de la composition tassée : 0,93
- densité de la composition non tassée : 0,83.

Exemple 6 :

Préparation d'érythritol microcristallin d'ouverture moyenne 220 μm .

30 Dix huit kg d'érythritol sont dissous dans 8 kg d'eau à 70°C, température qui sera maintenue constante tout au long de l'opération.

La vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 245 m/mn (vitesse périphérique).

L'évaporation du sirop est conduite jusqu'à une sursaturation d'une valeur
35 comprise entre 1,1 et 1,3 et avantageusement de 1,1 et l'action de l'émoteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès que la valeur de la sursaturation déterminée est atteinte. Le débit d'évaporation est maintenu à une valeur moyenne de 2,0 l/h sous environ 180 mbars.

16

Après 40 mn dans ces conditions, un voile blanc significatif de la nucléation apparaît dans le milieu.

L'évaporation et le battage sont stoppés pendant 10 minutes, favorisant la phase de croissance cristalline.

5 Dans la deuxième étape, la vitesse d'agitation du mobile est fixée à 140 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec un débit croissant jusqu'à obtention d'une poudre sèche.

Durée globale de l'opération : 3,5 heures.

La composition de l'invention ainsi obtenue a les propriétés suivantes :

10 - vitesse de dissolution : non soluble dans les conditions de l'essai (trouble persistant)

- indice de coulabilité : 83

- densité de la composition tassée : 0,92

- densité de la composition non tassée : 0,90.

15 Exemple 7 :

Essai industriel.

Préparation de saccharose microcristallin d'ouverture moyenne 120 μ m.

20 Dans un mélangeur Guedu de 1600 litres, 800 kg de saccharose sont dissous dans 310 kg d'eau à 62°C, température qui sera maintenue constante tout au long de l'opération.

La vitesse d'agitation du mobile de brassage est fixée à 330 m/mn (vitesse périphérique).

25 L'action de l'émoteur (environ 1000 tours/mn) est effective dès le début de l'évaporation et tout au long de l'opération. La concentration du sirop est conduite avec un débit d'évaporation moyen de 20 à 30%/heure. L'énergie apportée au système (chauffage vapeur, double enveloppe) est régulée par la consigne de débit prédéterminé.

30 L'évaporation est effectuée sous pression réduite, pression définie par la température du sirop pour obtenir l'ébullition du milieu à cette température.

Le système est maintenu dans cet état d'équilibre, débit d'évaporation/pression/température jusqu'à un taux d'évaporation de 65% environ.

35 Le milieu devient alors très pâteux et, dans cette deuxième étape, la vitesse d'agitation du mobile est abaissée à 190 m/mn (vitesse périphérique) et l'évaporation est poursuivie avec une pression décroissant progressivement pour maintenir une température constante jusqu'à obtention d'une poudre sèche.

En fin de cycle, le produit est déchargé sans refroidissement préalable, les grugeons éventuellement présents dans la poudre sont éliminés par passage rapide sur un tamis de 300 μ m. Les cristaux obtenus ne mottent pas après plusieurs jours de stockage à l'air ambiant.

5 Durée globale de l'opération : 6 heures.

La composition de l'invention ainsi obtenue a les propriétés suivantes:

- vitesse de dissolution : 8 sec.
- indice de coulabilité : 82
- densité de la composition tassée : 0.98
- 10 - densité de la composition non tassée : 0.84.

Exemple comparatif :

	Sucre glace	Semoule surfine	Exemple 1 saccharose	Exemple 2 saccharose	Exemple 3 saccharose	Exemple 4 glucose	Exemple 5 lactose	Exemple 6 érythritol	Exemple 7 saccharose
OM (μm)	< 80	250	80	150	150	75	50	220	120
C.V. (%)	N.D.*	N.D.*	35-45	30-40	30-40	N.D.*	N.D.*	N.D.*	50
Indice de coulabilité	42	75	81	82	82	60	80	83	82
Vitesse de dissolution (sec.)	22**	13	7	9	9	N.D.*	N.D.*	N.D.*	8
Densité produit non tassé	0,45	0,65	0,83	0,87	0,87	0,52	0,83	0,90	0,84
Densité produit tassé	0,88	0,87	0,97	1,00	1,00	0,75	0,93	0,92	0,98
Mottage	oui	non motté	non motté	non motté	non motté	non motté	non motté	non motté	non motté

* N.D. : non déterminé

** : problème de mouillabilité

REVENDICATIONS

5 1. Composition contenant des microcristaux de sucre caractérisée en ce que les cristaux sont essentiellement des monocristaux de forme géométrique régulière, ne présentant pas de brisure, homogènes les uns par rapport aux autres, et en ce que

- la granulométrie suit une distribution gaussienne dont la médiane est d'environ 20 μm à environ 220 μm , notamment d'environ 20 μm à environ 10 200 μm , le coefficient de variation étant d'environ 20% à environ 50%, notamment d'environ 30% à 45%, ou d'environ 35% à 45%, ou d'environ 30% à 40% ou

- la répartition granulométrique est caractérisée par un indice d'uniformité compris entre 1 et 5, notamment entre 2.5 et 3.5.

15 2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle présente les propriétés suivantes :

- sa vitesse de dissolution est d'environ 5 à environ 10, notamment d'environ 7 à environ 9 secondes, dans les conditions suivantes : 10 g de 20 composition pour 100 ml d'eau pure déminéralisée, à la température de 18°C,

- elle est non mottante,

- son indice de coulabilité est supérieur à environ 80, et varie d'environ 80 à environ 85, notamment d'environ 81 à environ 82, mesuré selon le test d'Hosakawa, tel que décrit dans IRON WORKS, LTD. Osaka, Japon, et 25 lorsqu'il s'agit du glucose, l'indice de coulabilité est d'environ 55 à environ 70,

- la densité du produit tassé est d'environ 0,90 à environ 1,00, notamment d'environ 0,97 à environ 1,00, et la densité du produit non tassé est d'environ 0,75 à environ 0,90, notamment d'environ 0,83 à environ 0,87, mesurées selon le test d'Hosakawa, et lorsque le susdit produit est du glucose, la densité du 30 produit tassé est d'environ 0,70 à environ 0,90 et la densité du produit non tassé est d'environ 0,50 à environ 0,70.

3. Composition selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle contient des ingrédients additionnels, à raison d'environ 0% à environ 35 10%, et avantageusement à raison d'environ 5%, ces ingrédients étant de façon avantageuse choisis parmi les composés thermosensibles, des composés ayant

des propriétés alimentaires ou pharmacologiques, ou des composés ayant un goût ou une couleur recherchés.

4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3, susceptible d'être obtenue par le procédé comprenant les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de saccharose concentré, d'environ 60 à environ 97, notamment 75 % en poids de matières sèches.

b) on réduit la pression qui passe de la pression atmosphérique à une valeur d'environ 100 à environ 300 mbars, notamment d'environ 200 mbars, pour commencer à évaporer une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre, le taux d'évaporation étant d'environ 20%,

c) on évapore une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre sous pression réduite (environ 200 mbars) et on brasse le sirop, notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, jusqu'à atteindre un coefficient de sursaturation de sucre compris entre 1.1 et 1.3 et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation.

d) on effectue la suite de la cristallisation par arrêt de l'évaporation et de l'agitation vigoureuse (battage), et maintien d'une agitation régulière (brassage) pendant le temps nécessaire à l'obtention des cristaux de taille souhaitée, et avantageusement pendant environ 5 mn à environ 20 mn.

e) on reprend l'évaporation (toujours avec brassage du milieu à une vitesse d'environ 100 à environ 350 m/mn) jusqu'à l'obtention de cristaux contenant moins de 1 %, notamment moins de 0,5 % d'humidité.

la température étant maintenue à une valeur d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée du procédé, et la pression étant avantageusement maintenue à environ 200 mbars pendant les étapes c) à e).

5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, susceptible d'être obtenue par le procédé comprenant les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de sucre concentré d'environ 60% à environ 97%, notamment 75 % en poids de matières sèches,

b) on provoque l'évaporation du sirop par réduction de la pression de manière à atteindre l'ébullition de ce sirop à la température choisie,

c) on brasse le sirop notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn, le coefficient de sursaturation du sirop étant compris entre 1 et 1,3, notamment

1.1 et 1.3, et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation.

5 d) on poursuit l'évaporation dans les mêmes conditions de température et de pression que celles utilisées dans les étapes précédentes, jusqu'à obtention d'un milieu dont les cristaux constituent la phase majoritaire (supérieur à environ 50%, et notamment supérieur à environ 70% par rapport au milieu), la vitesse d'agitation étant réduite d'environ 50 à environ 200 m/mn, la température étant maintenue constante par rapport aux étapes précédentes, le
10 battage étant maintenu jusqu'à obtention d'un produit sec composé de cristaux de taille souhaitée contenant moins de 1%, notamment moins de 0.5% d'humidité,

la température étant ajustée et maintenue à une valeur constante dans la gamme allant d'environ 40°C à environ 100°C, notamment d'environ 70°C à environ
15 100°C, pendant toute la durée des étapes.

6. Procédé de préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de saccharose concentré, d'environ 60 à environ
20 97, notamment 75% en poids de matières sèches,

b) on réduit la pression qui passe de la pression atmosphérique à une valeur d'environ 100 à environ 300 mbars, notamment d'environ 200 mbars, pour commencer à évaporer une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre, le taux d'évaporation étant d'environ 20%,

25 c) on évapore une partie de l'eau contenue dans le sirop de sucre sous pression réduite (environ 200 mbars) et on brasse le sirop, notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, jusqu'à atteindre un coefficient de sursaturation de sucre compris entre 1.1 et 1.3 et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du
30 sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation,

d) on effectue la suite de la cristallisation par arrêt de l'évaporation et de l'agitation vigoureuse (battage), et maintien d'une agitation régulière (brassage) pendant le temps nécessaire à l'obtention des cristaux de taille souhaitée, et
35 avantageusement pendant environ 5 mn à environ 20 mn,

e) on reprend l'évaporation (toujours avec brassage du milieu à une vitesse d'environ 100 à environ 350 m/mn) jusqu'à l'obtention de cristaux contenant moins de 1%, notamment moins de 0,5% d'humidité,

la température étant maintenue à une valeur d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée du procédé, et la pression étant avantageusement maintenue à environ 200 mbars pendant les étapes c) à e).

5 7. Procédé de préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 et 5, caractérisé par les étapes suivantes :

a) on prépare un sirop de sucre concentré d'environ 60% à environ 97%, notamment 75% en poids de matières sèches,

10 b) on provoque l'évaporation du sirop par réduction de la pression de manière à atteindre l'ébullition de ce sirop à la température choisie,

c) on brasse le sirop notamment par agitation mécanique à une vitesse périphérique d'environ 100 à environ 350 m/mn, notamment 200 à 350 m/mn, le coefficient de sursaturation du sirop étant compris entre 1 et 1,3, notamment 1,1 et 1,3, et on provoque la cristallisation par une agitation vigoureuse du sirop (en plus du brassage susmentionné), notamment par chocs mécaniques générés par battage par impact, dans cette zone de sursaturation,

20 d) on poursuit l'évaporation dans les mêmes conditions de température et de pression que celles utilisées dans les étapes précédentes, jusqu'à obtention d'un milieu dont les cristaux constituent la phase majoritaire (supérieur à environ 50%, et notamment supérieur à environ 70% par rapport au milieu), la vitesse d'agitation étant réduite d'environ 50 à environ 200 m/mn, la température étant maintenue constante par rapport aux étapes précédentes, le battage étant maintenu jusqu'à obtention d'un produit sec composé de cristaux de taille souhaitée contenant moins de 1%, notamment moins de 0,5% d'humidité,

25 la température étant ajustée et maintenue à une valeur constante dans la gamme allant d'environ 40°C à environ 100°C, notamment d'environ 70°C à environ 100°C, pendant toute la durée des étapes.

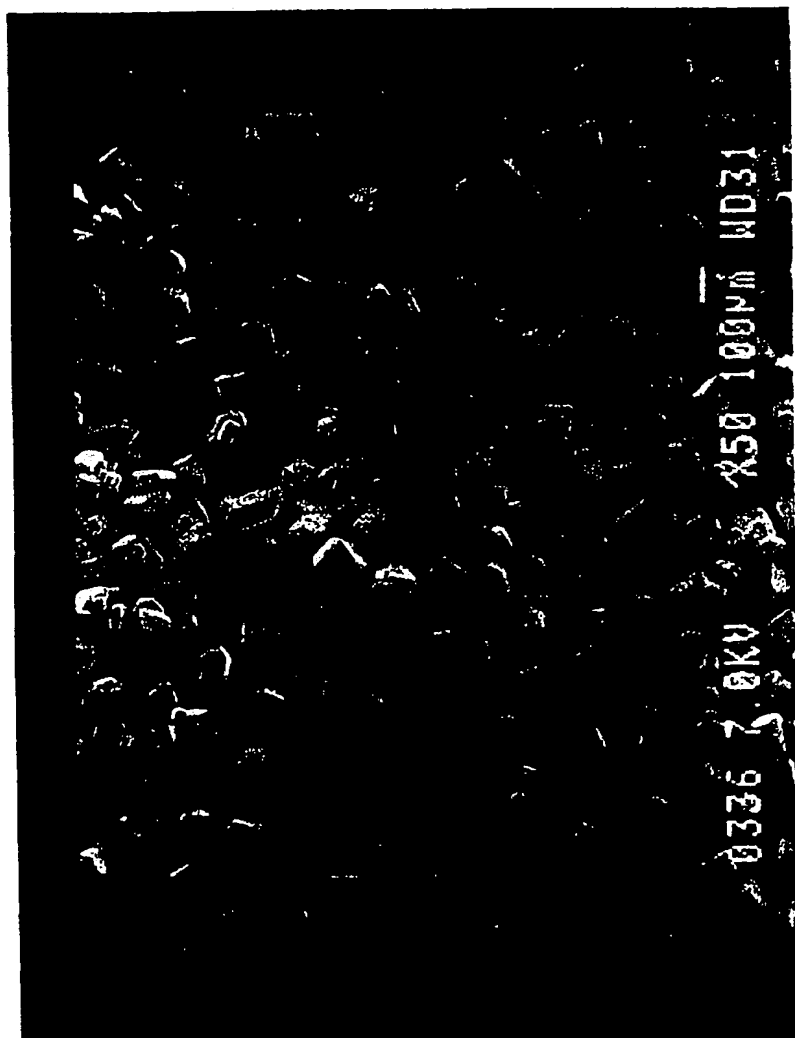


Figure 1A



Figure 1B

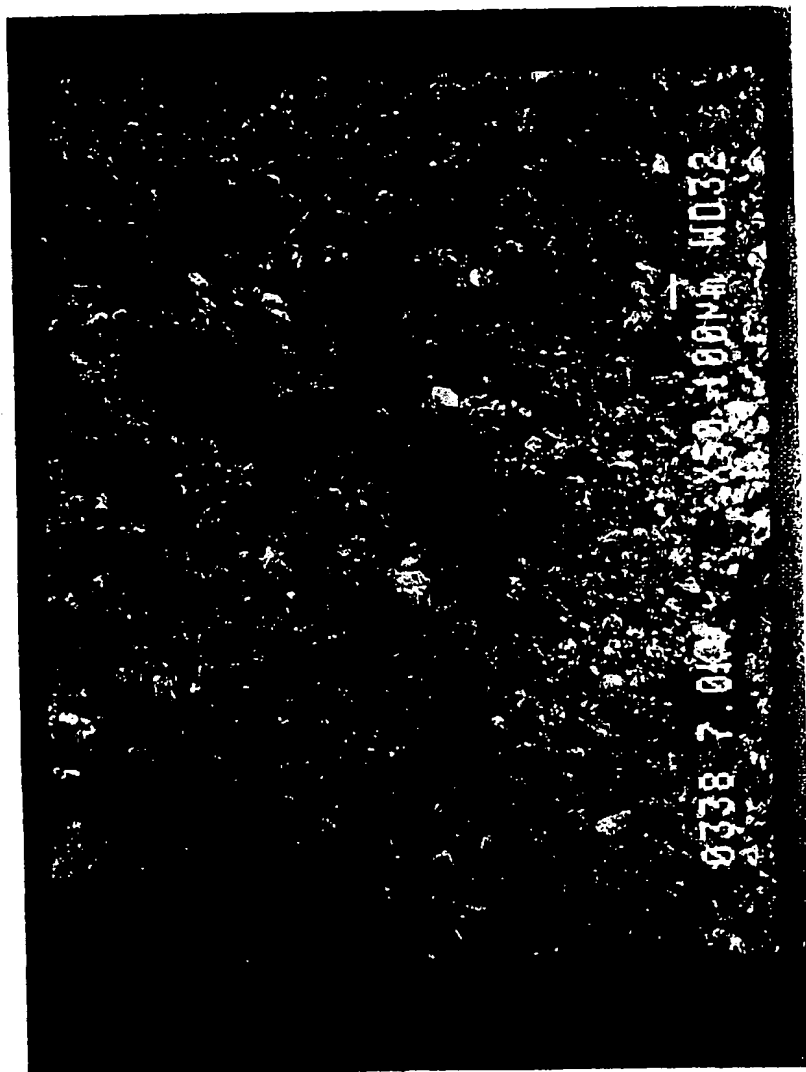


Figure 1C

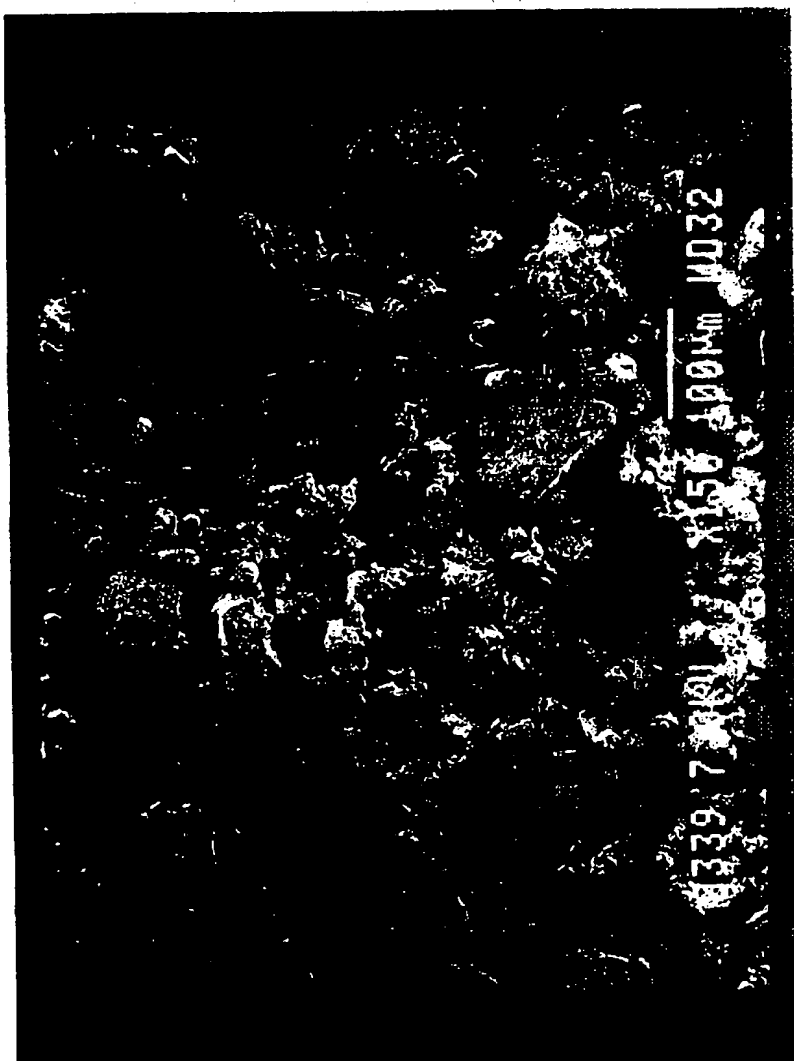


Figure 1D

Vitesse de dissolution des sucres dans l'eau pure à 18°C

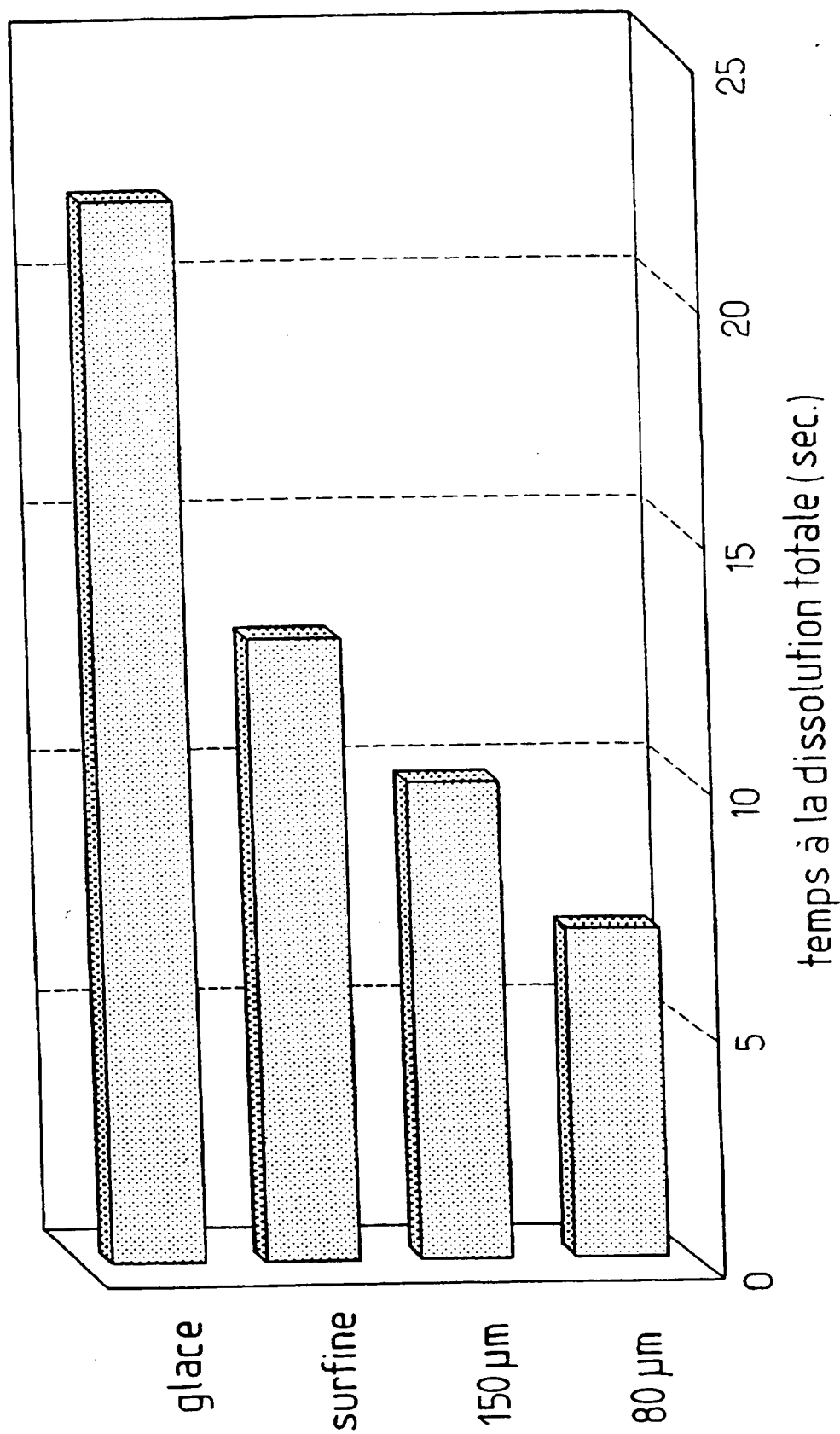


FIG. 2

INDICE DE COULABILITE DES SUCRES

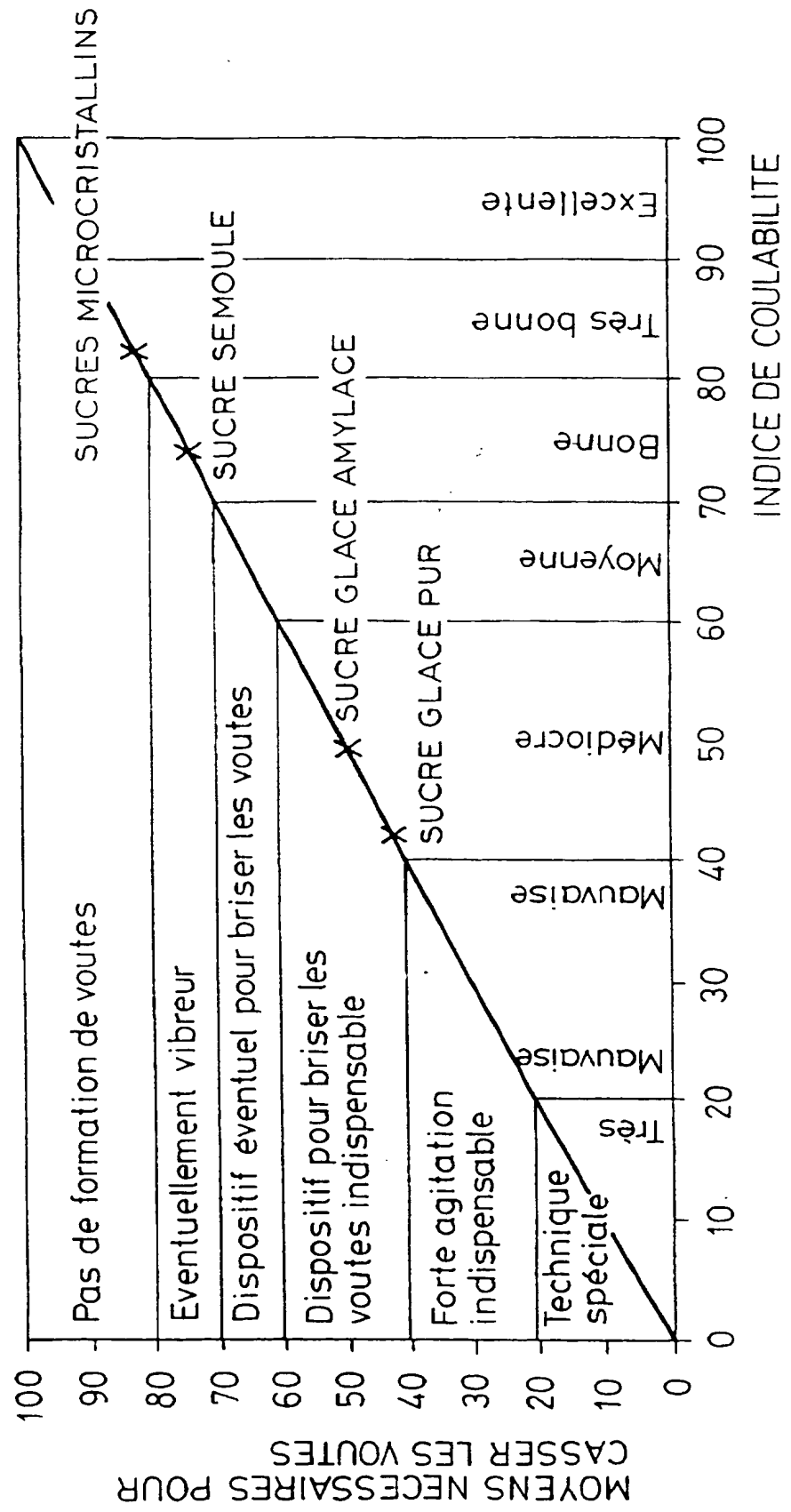


FIG. 3

7/1

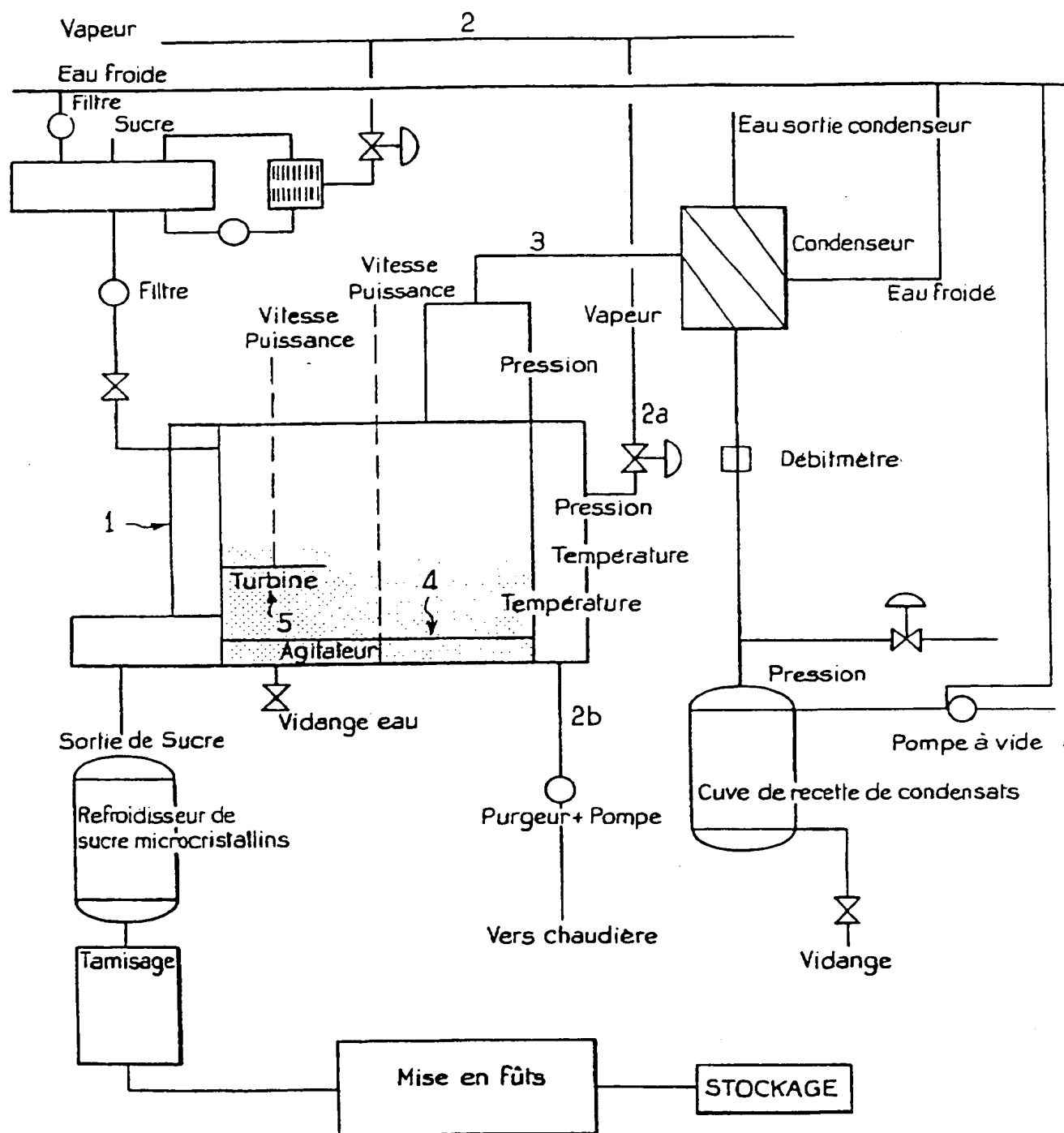


FIG. 4

FEUILLE DE REMPLACEMENT (REGLE 26)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 96/01931

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 6 C13F1/02 C13F3/00 C07H3/04 C07H1/06 C13K1/10
 C13K5/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 6 C13F C07H C13K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 38 42 751 A (GEA WIEGAND) 5 July 1990 see claim 1 ---	1-3
A	FR 2 669 511 A (EUROSUCRE S.N.C. ET GENERALE SUCRIERE) 29 May 1992 see claims ---	1-3
A	EP 0 052 919 A (AMSTAR) 2 June 1982 see claims ---	1-7
A	FR 2 244 411 A (GENERAL FOODS) 18 April 1975 see claims ---	1-3
A	US 3 194 682 A (D.E.TIPPENS ET AL.) 13 July 1965 cited in the application see claims ---	1-7
	--- -/-	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 April 1997

Date of mailing of the international search report

16.05.97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+ 31-70) 340-2040; Tx. 31 651 epo nl,
 Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Moer, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 96/01931

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 365 331 A (M.D.MILLER ET AL.) 23 January 1968 cited in the application see claims ---	1-7
A	EP 0 052 413 A (AMSTAR) 26 May 1982 cited in the application see claims ---	1-7
A	DE 19 10 752 A (WHITING) 6 November 1969 see claims ---	1-7
A	EP 0 039 123 A (TATE 6 LYLE) 4 November 1981 see claims; examples ---	1-3,5,7
X	WO 91 11179 A (NATIONAL RESEARCH DEVELOPMENT) 8 August 1991 see claims see page 3, line 3-14 -----	1-3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR 96/01931

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☒ Claims Nos.: **1,2,3,5,7**
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
A complete search concerning the "mono-, di and oligosaccharides as well as the polyols produced by their reduction", as defined on page 3, lines 16-17 of the description, is effectively impossible.
3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a)

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 96/01931

The search has thus been carried out with respect to the "sugars" cited in the examples: saccharose, glucose, lactose and erythritol.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 96/01931

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3842751 A	05-07-90	NONE	
FR 2669511 A	29-05-92	BE 1006586 A DE 4138869 A IT 1252719 B LU 88036 A NL 9101950 A	18-10-94 04-06-92 26-06-95 01-06-92 16-06-92
EP 52919 A	02-06-82	US 4338350 A CA 1154628 A JP 1337633 C JP 57122759 A JP 60056478 B	06-07-82 04-10-83 29-09-86 30-07-82 10-12-85
FR 2244411 A	18-04-75	US 3843822 A US 3898347 A AR 219041 A AU 6276073 A CA 1012967 A CH 588219 A DE 2359250 A GB 1446929 A JP 50058270 A NL 7316325 A AR 221316 A AU 7027074 A CA 980170 A DE 2430103 A FR 2235650 A JP 1106521 C JP 50036670 A JP 56050553 B NL 7408662 A	22-10-74 05-08-75 31-07-80 22-05-75 28-06-77 31-05-77 03-04-75 18-08-76 21-05-75 26-03-75 30-01-81 08-01-76 23-12-75 23-01-75 31-01-75 30-07-82 05-04-75 30-11-81 06-01-75
US 3194682 A	13-07-65	NONE	
US 3365331 A	23-01-68	FR 1559088 A GB 1163694 A	07-03-69 10-09-69
EP 52413 A	26-05-82	US 4362757 A	07-12-82

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 96/01931

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 52413 A		CA 1154627 A	04-10-83
		JP 1337632 C	29-09-86
		JP 57138400 A	26-08-82
		JP 60056477 B	10-12-85

DE 1910752 A	06-11-69	FR 2004494 A	28-11-69
		GB 1268563 A	29-03-72
		NL 6904428 A	24-09-69
		US 3503803 A	31-03-70

EP 39123 A	04-11-81	AT 9716 T	15-10-84
		CA 1171853 A	31-07-84
		GB 2070015 A,B	03-09-81
		JP 1397479 C	24-08-87
		JP 56137900 A	28-10-81
		JP 61052680 B	14-11-86
		US 4342603 A	03-08-82

WO 9111179 A	08-08-91	AU 635616 B	25-03-93
		AU 7155991 A	21-08-91
		CA 2049302 A	25-07-91
		DE 69100792 D	27-01-94
		DE 69100792 T	14-04-94
		EP 0464171 A	08-01-92
		GB 2240337 A,B	31-07-91
		JP 4504427 T	06-08-92
		US 5254330 A	19-10-93
		US 5376386 A	27-12-94

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 96/01931

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 C13F1/02 C13F3/00
C13K5/00

C07H3/04

C07H1/06

C13K1/10

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 6 C13F C07H C13K

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DE 38 42 751 A (GEA WIEGAND) 5 Juillet 1990 voir revendication 1 ---	1-3
A	FR 2 669 511 A (EUROSUCRE S.N.C. ET GENERALE SUCRIERE) 29 Mai 1992 voir revendications ---	1-3
A	EP 0 052 919 A (AMSTAR) 2 Juin 1982 voir revendications ---	1-7
A	FR 2 244 411 A (GENERAL FOODS) 18 Avril 1975 voir revendications ---	1-3
	--- -/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- * "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- * "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- * "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- * "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- * "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

* "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

* "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

* "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

* "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

21 Avril 1997

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16.05.97

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Van Moer, A

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
PCT/FR 96/01931

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 3 194 682 A (D.E.TIPPENS ET AL.) 13 Juillet 1965 cité dans la demande voir revendications ---	1-7
A	US 3 365 331 A (M.D.MILLER ET AL.) 23 Janvier 1968 cité dans la demande voir revendications ---	1-7
A	EP 0 052 413 A (AMSTAR) 26 Mai 1982 cité dans la demande voir revendications ---	1-7
A	DE 19 10 752 A (WHITING) 6 Novembre 1969 voir revendications ---	1-7
A	EP 0 039 123 A (TATE 6 LYLE) 4 Novembre 1981 voir revendications; exemples ---	1-3,5,7
X	WO 91 11179 A (NATIONAL RESEARCH DEVELOPMENT) 8 Août 1991 voir revendications voir page 3, ligne 3-14 -----	1-3

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No. PCT/FR 96/ 01931

SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDICUES SUR PCT/ISA/210

La recherche a donc porté sur les "sucres" cités dans les exemples:
saccharose, glucose, lactose et érythritol.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR 96/01931

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 3842751 A	05-07-90	AUCUN	
FR 2669511 A	29-05-92	BE 1006586 A DE 4138869 A IT 1252719 B LU 88036 A NL 9101950 A	18-10-94 04-06-92 26-06-95 01-06-92 16-06-92
EP 52919 A	02-06-82	US 4338350 A CA 1154628 A JP 1337633 C JP 57122759 A JP 60056478 B	06-07-82 04-10-83 29-09-86 30-07-82 10-12-85
FR 2244411 A	18-04-75	US 3843822 A US 3898347 A AR 219041 A AU 6276073 A CA 1012967 A CH 588219 A DE 2359250 A GB 1446929 A JP 50058270 A NL 7316325 A AR 221316 A AU 7027074 A CA 980170 A DE 2430103 A FR 2235650 A JP 1106521 C JP 50036670 A JP 56050553 B NL 7408662 A	22-10-74 05-08-75 31-07-80 22-05-75 28-06-77 31-05-77 03-04-75 18-08-76 21-05-75 26-03-75 30-01-81 08-01-76 23-12-75 23-01-75 31-01-75 30-07-82 05-04-75 30-11-81 06-01-75
US 3194682 A	13-07-65	AUCUN	
US 3365331 A	23-01-68	FR 1559088 A GB 1163694 A	07-03-69 10-09-69
EP 52413 A	26-05-82	US 4362757 A	07-12-82

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 96/01931

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 52413 A		CA 1154627 A	04-10-83
		JP 1337632 C	29-09-86
		JP 57138400 A	26-08-82
		JP 60056477 B	10-12-85

DE 1910752 A	06-11-69	FR 2004494 A	28-11-69
		GB 1268563 A	29-03-72
		NL 6904428 A	24-09-69
		US 3503803 A	31-03-70

EP 39123 A	04-11-81	AT 9716 T	15-10-84
		CA 1171853 A	31-07-84
		GB 2070015 A,B	03-09-81
		JP 1397479 C	24-08-87
		JP 56137900 A	28-10-81
		JP 61052680 B	14-11-86
WO 9111179 A	08-08-91	US 4342603 A	03-08-82

		AU 635616 B	25-03-93
		AU 7155991 A	21-08-91
		CA 2049302 A	25-07-91
		DE 69100792 D	27-01-94
		DE 69100792 T	14-04-94
EP 0464171 A	08-01-92		
		GB 2240337 A,B	31-07-91
		JP 4504427 T	06-08-92
		US 5254330 A	19-10-93
		US 5376386 A	27-12-94
